

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08311651 A**

(43) Date of publication of application: 26 . 11 . 96

(51) Int. Cl.

C23C 14/58
C04B 41/80(21) Application number: **07142505**

(22) Date of filing: 16 . 05 . 95

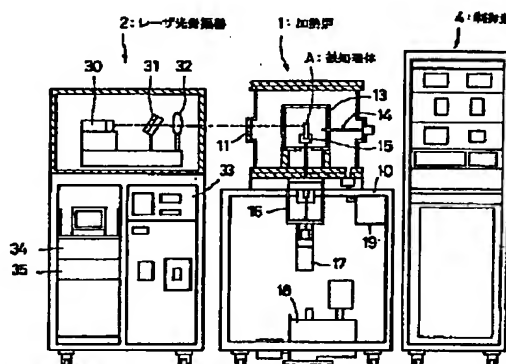
(71) Applicant: **NISSHIN STEEL CO LTD**(72) Inventor: **OTSUKA AKIHIKO**
ARAIYAMA MASATO
IWASAKI KUNIHIKO**(54) PRODUCTION OF GRADED FUNCTION MATERIAL AND APPARATUS THEREFOR****(57) Abstract:**

PURPOSE: To stabilize production by determining the temp. distribution of a combining material surface under heating and subjecting IR laser beam intensity to feedback control so that the highest temp. therein attains a target heating temp. at the time of producing a graded material by subjecting the surface of a work formed by laminating the combining material on a base material to heating by irradiation with IR rays.

CONSTITUTION: The work A is loaded into a preheatable vacuum heating furnace 1 where the work is preheated. The surface of its combining material is irradiated with the laser beam from an IR laser oscillator 2 by a scanning mechanism 31 and is heated to a prescribed temp. higher than the preheating temp. At this time, the temp. distribution is determined by using a Miller scanning type thermometer 3 and is subjected to the feedback control by a control means 33 in such a manner that the highest temp. in this temp. distribution attains the heating target temp. The work is formed by laminating a mixture composed of base material powder and the combining material powder on the flanks of the base material in such a manner that the mixing ratio of the base material powder is first high and that the mixing ratio of the combining material powder increases

in the final, then subjecting the work to compaction molding.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-311651

(43) 公開日 平成8年(1996)11月26日

(51) Int.Cl.⁵

C 2 3 C 14/58

C 0 4 B 41/80

識別記号

庁内整理番号

F I

C 2 3 C 14/58

C 0 4 B 41/80

技術表示箇所

C

Z

審査請求 未請求 請求項の数11 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平7-142505

(22) 出願日 平成7年(1995)5月16日

(71) 出願人 000004581

日新製鋼株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目4番1号

(72) 発明者 大塚 昭彦

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

(72) 発明者 新井山 政人

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

(72) 発明者 岩崎 邦彦

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

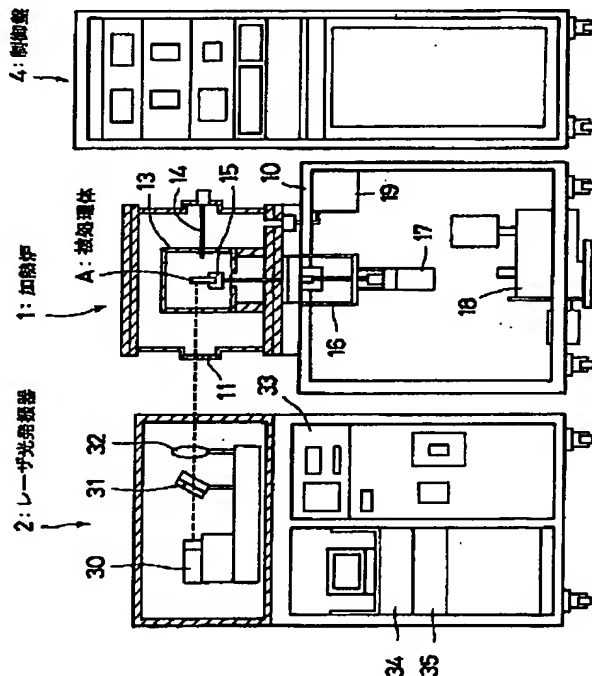
(74) 代理人 弁理士 和田 憲治 (外1名)

(54) 【発明の名称】 傾斜機能材料の製法および製造装置

(57) 【要約】

【目的】 傾斜機能材料を安定的に得ることができる手段を提供する。

【構成】 基材と複合化材とを積層してなる被処理体の複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより所定の目標温度に複合化材の表面を加熱して傾斜機能材料を製造するに際して、複合化材の表面の温度分布を求め、その温度分布の中で最も高い温度が目標温度となるように、前記赤外線レーザ光の強度をフィードバック制御する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基材と複合化材とを積層してなる被処理体の複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより所定の目標温度に複合化材の表面を加熱して傾斜機能材料を製造する方法において、複合化材の表面の温度分布を求め、その温度分布の中で最も高い温度が目標温度となるように、前記赤外線レーザ光の強度をフィードバック制御することを特徴とする傾斜機能材料の製法。

【請求項 2】 被処理体を予加熱し、複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより複合化材の表面をその予加熱温度よりも高い目標温度に加熱する請求項 1 に記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 3】 被処理体は、基材の側面に基材粉と複合化材粉との混合粉を最初は基材の混合比が高く、最後は複合化材の混合比が高くなるように混合比を除々に変えた圧粉積層を形成したものである請求項 1 または 2 に記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 4】 被処理体は、基材の側面に、真空蒸着、スパッタリング、イオン注入法、電気めっき、溶射、スプレー法、およびロール法の何れかによって複合化材を被着したものである請求項 1 または 2 に記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 5】 複合化材の表面が、無機炭素で黒化処理されている請求項 1～4 の何れかに記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 6】 複合化材の表面に赤外線レーザ光を走査させる請求項 1～5 の何れかに記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 7】 複合化材の表面の温度分布を、複合化材の表面から放射される赤外線の放射率に基づいて求める請求項 1～6 の何れかに記載の傾斜機能材料の製法。

【請求項 8】 基材と複合化材とを積層してなる被処理体をその内部において予加熱することが可能な加熱炉と、加熱炉内の被処理体の複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより前記予加熱温度よりも高い目標温度に複合化材の表面を加熱する赤外線レーザ光発振器とを備えたものにおいて、複合化材の表面の温度分布を求めるための温度分布検出手段と、該温度分布検出手段によって求めた温度分布の中で最も高い温度が目標温度となるように、前記赤外線レーザ光発振器のレーザ光の強度をフィードバック制御する制御手段を設けたことを特徴とする傾斜機能材料の製造装置。

【請求項 9】 加熱炉内で被処理体を昇降および回転させる機構を設けた請求項 8 に記載の傾斜機能材料の製造装置。

【請求項 10】 赤外線レーザ光発振器のレーザ光を複合化材の表面に走査させるスキャニング機構を備えている請求項 8 または 9 に記載の傾斜機能材料の製造装置。

【請求項 11】 温度分布検出手段は、複合化材の表面から放射される赤外線の放射率に基づいて複合化材の表

面の温度分布を求めるミラー走査型パターン温度計である請求項 8～10 の何れかに記載の傾斜機能材料の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、超微細組織を有し且つ連続した傾斜組成をもつ傾斜機能材料の製法および装置に関する。

【0002】

【従来技術】 一方の面と他方の面とでは異なる物理的または化学的特性を持つ材料は、その特性を活かした各種の用途がある。例えば板状体の一方の面は耐熱性や耐摩耗性に優れた超硬合金やセラミックスからなり、他方の面は基材との接合性のよい金属や合金からなり、両者が内部にゆくほど順次組成を変えながら融合し、全体としては一体的な板状体として形成されている材料は、耐熱性や耐摩耗分野の材料として有用である。

【0003】 一般に、所定の組成を有する金属材料に異なる組成を有する金属やセラミックス材料を順次接合する場合には各材料の物性（ヤング率、熱膨張係数等）が異なることから、接合界面において機能および物性の不連続性が生じる。このような物性の不連続性は、各々の材料物性のミスマッチに起因する耐久性の低下、界面からの脱落剥離等を招く。これに対して異物質間の界面構造を制御し、組成を連続的に遷移させたいいわゆる「傾斜機能材料」は、機能の傾斜化は勿論のこと物性の変化がゆるやかに勾配することから前述の不連続性に起因する材料の欠点を克服することが可能であり、種々の分野で有用である。

【0004】 このような考えに基づき耐食性、耐熱性、耐摩耗性、触媒性、装飾性等の向上を目的としたレーザによる材料表面の傾斜機能材料化の研究が行われている。材料表面に複合化材料を熱処理によって添加する方法として、前もって表面に複合化させる材料をコーティングして加熱する方法、複合化元素もしくは複合物質を含んだ溶融塩や粉末やガス中で材料を加熱する方法などが知られていたが、これら熱処理による方法に比べて、レーザを利用した方法は、（１）投入されるエネルギーが少ない（エネルギー密度は大きい処理時間が短い）ため母材の熱による物性変化が少ない、（２）複合化に必要な元素の量が少なくすむ、（３）急熱急冷が可能のため複合化した材料表面の組織が微細で、かつ、傾斜組成制御がたやすい、（４）局部熱源のため材料表面の一部の処理が可能である、などの特徴がある。

【0005】 レーザを用いた材料表面の処理法として、従来は、次に記述するようなものがある。金属材料では、J. B. Lumsden, D. S. Ganamut huand R. J. Moores (Corr. Met. Processed Directed Energy Beams, (1982), 129) らは鉄鋼

(AISI 4140)上にニッケルおよびクロムの粉末を塗布した後炭酸ガスレーザで処理し、クロムを11~29%、ニッケルを4~13%含む合金層を作製し、AISI 304ステンレス鋼よりも優れた耐食性を達成している。また、E. McCafferty and P. G. Moores (J. Electrochem. Soc., 133 (1986), 1090)らは鉄鋼(AISI 1018)上にめっき法により被覆したクロムをレーザを繰り返し照射し、均一合金化することで430ステンレス鋼に相当する耐食性を達成している。非鉄金属に対する耐食性の向上の例としては、C. W. Draper, L. S. Meyer, D. C. Jacobson, L. buene and J. M. Poate (Thin Solid Films 75 (1981), 237)らはチタン表面にパラジウムを蒸着しNd-YAGレーザで合金化することにより沸騰塩酸に対する耐食性をチタンの約30倍に向上させることを達成している。

【0006】耐熱性の向上の例としてはF. D. Seaman and D. S. Gnanamuth (Metal Progress 108, No. 8 (1975), 67)らは鋳鉄上にクロムを、A. Belmont and M. Castagna (Thin Solid Films 64 (1979), 279)らは粉末塗布法により鋳鉄上にクロム炭化物、クロム、ニッケル、モリブデンを合金化し、それぞれ、高温での硬度低下の防止、構造の安定化を達成している。

【0007】さらにセラミックスの焼結については、結城正弘、村山敏一、入沢敏夫、川崎亮、渡辺龍三(粉体および粉末冶金9月(1990), 21)らはPSZ(部分安定化ジルコニア)およびPSZ/Mo傾斜組成圧粉体について、YAGレーザと補助ヒータを組み合わせた温度傾斜付加焼結を行いマクロクラックのない比較的良好な焼結体を得ている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかし、これら従来の方法では、レーザ照射部の温度測定は、材料の一定点に埋め込んだ熱電対の指示値から外挿する方法、もしくは放射温度計を用いてレーザ照射部と非照射部を一括して測温する方法を採っており、レーザ照射部の温度を正確には把握していない。このため、金属を合金化する場合などはレーザ照射部の温度が過度に上昇し母材内部まで溶融してしまう欠点や、合金化層の溶融の際の不均一なレーザ照射により照射部面内の残留応力の発生、溶融時のピンホールの発生などが生じ信頼性の高い合金化層の生成は困難であった。また、特に圧粉体セラミックス焼結のように材料自身が白色である場合は表面でレーザが反射してしまうのでレーザのエネルギーが材料の昇温に対して有効に利用され難く、レーザ照射部の温度が目標温度に到達していないこともあった。また粉体セラミック

ス焼結についても、金属の場合と同様にレーザ照射部の温度を正確に測定していないため、過度の粒成長を起したり、表面の一部の溶融に起因するクラックの発生や強度の低下という問題があった。したがって、従来のレーザを用いた焼結方法や、表面処理方法では信頼性の高い材料を安定して製造することはできなかった。

【0009】本発明はこれらの課題を解決し、傾斜機能材料を安定的に得ることができる手段を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、基材と複合化材とを積層してなる被処理体の複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより所定の目標温度に複合化材の表面を加熱して傾斜機能材料を製造する方法において、複合化材の表面の温度分布を求め、その温度分布の中で最も高い温度が目標温度となるように、前記赤外線レーザ光の強度をフィードバック制御することを特徴とする。

【0011】そして、この方法を実施するために好適な装置として、基材と複合化材とを積層してなる被処理体をその内部において予加熱することが可能な加熱炉と、加熱炉内の複合化材の表面に赤外線レーザ光を照射することにより前記予加熱温度よりも高い所定の目標温度に複合化材の表面を加熱する赤外線レーザ光発振器とを備えたものにおいて、複合化材の表面の温度分布を求めるための温度分布検出手段と、該温度分布検出手段によって求めた温度分布の中で最も高い温度が目標温度となるように、前記赤外線レーザ光発振器のレーザ光の強度をフィードバック制御する制御手段を設けたことを特徴とする傾斜機能材料の製造装置を提供する。

【0012】

【作用】本発明において、傾斜機能材料を製造するために用いられる被処理体は、例えば、基材の側面に基材粉と複合化材粉との混合粉を最初は基材の混合比が高く、最後は複合化材の混合比が高くなるように混合比を除々に変えた圧粉積層を形成したものとすることができる。また被処理体は、基材の側面に、真空蒸着、スパッタリング、イオン注入法、電気めっき、溶射、スプレー法、およびロール法の何れかによって複合化材を被着した構成とすることもできる。

【0013】基材には、例えばニッケル、クロム、ステンレス鋼、タングステン、チタン、パラジウム、チタンとアルミニウムの金属間化合物、ニオブとアルミニウムの金属間化合物などといった金属もしくは合金系の材料や、アルミニウム、クロム、タングステン、シリコンなどといった金属の炭化物系セラミックス、酸化物系セラミックス、窒化物系セラミックスなどの材料を用いることができる。また、複合化材には、以上のような金属、合金系の材料やセラミックス系の材料、その他の無機物質などを用いることができる。

【0014】以上の如き被処理体を加熱炉内に設置し、その内部において必要に応じて被処理体全体を一定温度に予加熱する。また、一方で赤外線レーザ光発振器から被処理体の複合化材表面に赤外線レーザ光を照射する。これにより、複合化材の表面が昇温し、被処理体の内部において温度勾配が生成される。こうして、複合化材を所定の目標温度にまで昇温させると、基材と複合化材とが合金化もしくは焼結して、傾斜機能材料が製造される。なお、複合化材としてセラミックス系材料のような白色の材料を用いた場合は複合化材の表面で赤外線レーザ光が反射してしまう心配がある。そこで、複合化材が白色であるような場合は、複合化材の表面を無機炭素で黒化処理しておくことが望ましい。そうすれば、複合化材の表面での赤外線レーザ光の反射率が低くなってエネルギー吸収効率が向上し、短時間かつ低出力で複合化材を所定の目標温度にまで昇温させることが可能となる。

【0015】複合化材表面に赤外線レーザ光を照射するに際しては、複合化材表面全体に隙間無く赤外線レーザ光を照射して加熱できるように、スキャニング機構を用いて赤外線レーザ光を走査させることが望ましい。また、同様の理由により、加熱炉内で被処理体を昇降および回転させる駆動装置を設けるようにしても良い。

【0016】一方、このように赤外線レーザ光を照射して被処理体の複合化材表面を昇温させるに際し、同時に適当な検出手段を用いて複合化材の表面の温度分布を求める。この検出手段としては、例えば複合化材の表面から放射される赤外線の放射率に基づいて複合化材表面の温度分布を求めるミラー走査型パターン温度計などを利用できる。この場合、予め熱電対を使用して複合化材の各温度における赤外線放射率を測定して、当該複合化材について温度と赤外線放射率の関係を調べておく。そして実際に傾斜機能材料を製造する場合は、複合化材の表面から放射される赤外線の放射率をミラー走査型パターン温度計で走査し、予め調べておいた関係に従って、赤外線の放射率から複合化材表面の温度分布を知るようにする。

【0017】こうして求めた複合化材表面の温度分布の中で最も高い温度が、即ち赤外線レーザ光が照射されている部分の温度となる。複合化材表面の温度分布は、ミラー走査型パターン温度計で走査を行うことにより熱画像として求めることができる。そのような熱画像中の最も高温となっている箇所が赤外線レーザ光の照射部であり、その箇所の温度が赤外線レーザ光照射部の温度となる。

【0018】以上のようにして求めた赤外線レーザ光照射部の温度が一定の目標温度に常に保たれていないと、不均一な加熱により残留応力の発生、ピンホールの発生などといった問題を生じる。また、過度に昇温した場合には、基材内部まで熔融してしまう問題を生じる。そこで本発明では、赤外線レーザ光照射部の温度が所定の目

標温度となるように、前記赤外線レーザ光発振器のレーザ光の強度をフィードバック制御する。なお、目標温度は、加熱炉による予熱温度とあわせて、基材や複合化材の種類、製造目的等に応じて適宜決定する。

【0019】以上のように、本発明にあってはリアルタイムでレーザ光照射部の温度制御を行うことができ、複合化材表面の熱処理温度が精密に制御される。その結果、本発明により得られた傾斜機能材料は、材料表面の赤外線レーザ光照射部は均一な組成および組織を有し、材料内部は除々に組成および組織が変化する傾斜機能材料となる。

【0020】

【実施例】図1に本発明の実施例にかかる傾斜機能材料の製造装置の正面視での断面図、図2に同装置の平面視での断面図を示す。この装置は、基材と複合化材とを積層してなる被処理体Aを予加熱するための加熱炉1と、加熱炉1の内部に載置された被処理体Aの複合化材表面に赤外線レーザ光を照射する赤外線レーザ光発振器2と、その赤外線レーザ光により昇温された被処理体Aの複合化材表面の温度分布を求めるためのミラー走査型パターン温度計3と、赤外線レーザ光発振器2を制御する制御盤4を備えている。なお、ミラー走査型パターン温度計3は加熱炉1の前方に配置されているため、図1には現れない。

【0021】架台10の上に配置された加熱炉1の壁面には、赤外線レーザ光発振器2からのレーザ光を入射させる入射窓11と、加熱炉1内において被処理体Aの複合化材表面から放射された赤外線を加熱炉1内部から出射させる出射窓12が設けられている。これら入射窓11および出射窓12は例えば石英ガラスなどで構成される。加熱炉1の内部には、被処理体Aの周囲を囲うようにしてヒータ13が設けられている。ヒータ13は例えばタングステンメッシュヒータであり、必要に応じて被処理体Aを予加熱することができる。また、ヒータ13による予加熱温度はW-Re熱電対14にて測定される。被処理体Aを載置している載置台15は、架台10内部の昇降機構16および回転機構17によって支持されている。これら昇降機構16および回転機構17の稼働によって、被処理体Aを加熱炉1内で昇降および回転させることができる。その他、架台10内部にはロータリーポンプ18とガス供給装置19を備えている。ロータリーポンプ18は、架台10の背部に配置されたディフュージョンポンプ20と協働して加熱炉1内を真空引きする。また、その真空引き後にガス供給装置19から不活性ガスを供給して、加熱炉1内を不活性雰囲気とすることもできる。その他、ヒータ13による予加熱を行わずに赤外線レーザの照射のみで焼結や複合化材料化を行う場合等には、加熱炉1内に酸素、窒素等を混在させることもできる。製造する傾斜機能材料の材質に応じて、被処理体Aの表面の酸化、窒化等にも利用できる。

【0022】赤外線レーザ光発振器 2 は、発振器本体 30 と、この発振器本体 30 によって発せられた赤外線レーザ光を二次元走査させるスキャニング機構 31 と、集光レンズ 32 を備えている。実施例では、発振器本体 30 として最大出力 230 W のマルチモード YAG レーザを使用している。一般に、赤外線レーザ光を発生させる装置には連続発振方式とパルス方式がある。連続発振方式は発振装置の構造上の理由により、多少に係わらず出力の経時的な変動がある。これは、交流電源を直流電源へ変換する際のノイズ、および励起用ランプのちらつきや冷却水の水流に起因するものである。これが原因して、連続発振方式では安定化電源による入力をレーザ出力へ変換した場合にそのエネルギーを計測すると約 10 % 程度のばらつきを生じる。これに対して赤外線レーザをパルス状に発振するパルス方式はレーザ出力のばらつきを抑えることはできるが、経時的には 0 ～ ピーク値への変動があることに変わりはない。従って、加熱を行った際の熱変動は、連続発振方式の方がパルス方式に比べてはるかに少ないから、発振器本体 30 には連続発振方式のものをを用いるのがよい。

【0023】スキャニング機構 31 はガルバノミラーで構成されている。また、赤外線レーザ光発振器 2 の下方に発振器本体 30 から発せられる赤外線レーザ光の強度を調整するコントローラ 33 と、スキャニング機構 31 の水平方向の走査を調整するコントローラ 34 および垂直方向の走査を調整するコントローラ 35 を備えている。コントローラ 33、34、35 には、制御盤 4 からの制御指令が入力される。こうして、制御盤 4 によって強度と走査が制御された赤外線レーザ光が集光レンズ 32 によって集光され、入射窓 11 を介して加熱炉 1 内に入射されてビームスポットとなって、被処理体 A の複合化材表面に照射される。そして、スキャニング機構 31 の作動により、被処理体 A の複合化材表面の一定面積を塗りつぶすように赤外線レーザ光を走査させることにより、むらのない加熱を行う。

【0024】なお、以上の如く赤外線レーザ光発振器 2 で発した赤外線レーザ光が入射窓 11 から加熱炉 1 内に正確に入射され、かつ被処理体 A の複合化材表面に正確に照射されるように、赤外線レーザ光発振器 2 と加熱炉 1 を所定の位置関係に位置決めする必要がある。この位置決めは、赤外線レーザ光発振器 2 から赤外線レーザ光を発した状態で行わなければならない。しかし、実施例の発振器本体 30 (YAG レーザ) で発生する赤外線レーザ光は、波長が $1.064 \mu\text{m}$ であり、かようなレーザ光は直接光はもとより、反射光も眼を損傷する恐れがある。そこで、危険を回避するために実施例では、発振器本体 30 とは別に照準用の He-Ne レーザ光発振器 36 を設けている。この He-Ne レーザ光発振器 36 から発せられたレーザ光の光路は、ミラー 37、38 で反射して、発振器本体 30 から発せられる赤外線レーザ

光の光路と一致するように調整されている。

【0025】ミラー走査型パターン温度計 3 は、前記赤外線レーザ光発振器 2 からの赤外線レーザ光照射部を含む被処理体 A の複合化材表面から放射され、出射窓 12 を透過して加熱炉 1 内部から出射された赤外線の放射率を検出し、その放射率に基づいて被処理体 A の複合化材表面の温度分布を求めるものである。実施例では、赤外線レーザ光発振器 2 から加熱炉 1 内に入射される赤外線レーザ光の光路と被処理体 A の複合化材表面から放射されてミラー走査型パターン温度計 3 に入射される赤外線の光路が直角になるように配置されている。また、加熱炉 1 内から出射窓 12 を透過して外に漏れ出た赤外線レーザ光発振器 2 からの赤外線レーザ光がミラー走査型パターン温度計 3 に入射されるのを防ぐためのバンドパスフィルタ 40 と、出射窓 12 に映る被処理体 A の虚像による光がミラー走査型パターン温度計 3 に入射されるのを防ぐためのバンドパスフィルタ 41 をそれぞれ備えている。

【0026】このミラー走査型パターン温度計 3 で得られる情報は、ミラー走査型パターン温度計 3 の走査範囲内における被処理体 A の複合化材表面の温度分布の画像信号であり、熱画像として求めることができる。ミラー走査型パターン温度計 3 の走査範囲は前記赤外線レーザ光発振器 2 からの赤外線レーザ光照射部を含む範囲に設定されており、ミラー走査型パターン温度計 3 によって求めた熱画像中の最も高温となっている箇所が赤外線レーザ光発振器 2 からの赤外線レーザ光照射部であり、その箇所の温度が赤外線レーザ照射部の温度となる。このように熱画像を作り出している信号のピークホールド値と垂直および水平同期信号により、赤外線レーザ光照射部の温度をリアルタイムで算出し、その温度を制御盤 4 に送信する。先に説明したように、発振器本体 30 に連続発振方式のレーザ発振装置を用いた場合、安定化直流電源を使用しても交流ノイズに起因する直流電流の変動によりその出力ならびに赤外線レーザ光照射部の温度が変動する。この変動を検知できるように、ミラー走査型パターン温度計 10 のフレームタイムはなるべく短くするのがよい。また、ミラー走査型パターン温度計 10 のフレームタイムに対する走査線数は、赤外線レーザ光照射部の面積が微小であることからなるべく高分解能であることを必要とする。なお、実施例の赤外線レーザ光発振器 2 のフレームタイム (複合化材の被処理面全体に赤外線レーザ光を走査させるのに要する時間) が後述するように約 3 秒であることに鑑み、実施例ではミラー走査型パターン温度計 10 のフレームタイムを $0.08 \text{ s} / 1 \text{ フレーム}$ (1 秒間に 12.5 フレーム) とした。このようにミラー走査型パターン温度計 10 のフレームタイム (0.08 s) を赤外線レーザ光発振器 2 のフレームタイム (約 3 秒) よりも十分に短くすることによって、赤外線レーザ光照射部の温度を正確にリアルタイムで知

ることが可能となる。また、面積が微少な赤外線レーザ照射部の温度を正確に把握できるように、走査線数は30本/0.08s以下に設定した。

【0027】なお、このようにミラー走査型パターン温度計10で赤外線放射率を測定して被処理体Aの複合化材表面の温度分布を求めるためには、実際に製造に供される被処理体Aの複合化材の各温度と赤外線放射率の関係を知っておく必要がある。そこで、製造を行う前に予め被処理体Aの複合化材と同じ材質（組成、表面状態）の試験体を用意し、当該試験体について熱電対（Pt-Rh熱電対）で表面温度を測定しながら同時に赤外線放射率を測定し、複合化材の温度と赤外線放射率の関係を調べておく。そして実際の製造に際しては、複合化材の表面から放射される赤外線の放射率をミラー走査型パターン温度計10で走査し、予め調べておいた関係に従って、赤外線の放射率から複合化材表面の温度分布を知るようにする。

【0028】制御盤4には、傾斜機能材料を製造するために必要とする複合化材表面の加熱目標温度が設定されている。上述の如く、制御盤4にはミラー走査型パターン温度計3で求めた温度分布中の最も高い温度（赤外線レーザ照射部の温度）が入力され、制御盤4において、その入力された赤外線レーザ照射部の温度と目標温度との比較が行われる。そして、赤外線レーザ照射部の温度が目標温度よりも低い場合は、赤外線レーザ光発振器2のコントローラ33に発振器本体30から発せられる赤外線レーザ光の強度を増す命令を出す。逆に赤外線レーザ照射部の温度が目標温度よりも高い場合は、コントローラ33に赤外線レーザ光の強度を減らす命令を出す。なお、レーザ光の強度の調整は、赤外線レーザ照射部の温度が目標温度となるように、YAGレーザの入力電流を比例制御することにより行われる。このように、制御盤4は、ミラー走査型パターン温度計3で求めた赤外線レーザ照射部の温度に基づいて赤外線レーザ光発振器2の発振器本体30の出力をフィードバック制御して、赤外線レーザ照射部の温度が目標温度となるように保っている。

【0029】次に、チタン（基材）とアルミナ（複合化材）からなる被処理体Aを用いて傾斜機能材料を製造する場合を例にして実施例の製造装置の動作を説明する。なお、アルミナの表面に赤外線レーザ光を照射することにより1600℃の目標温度にアルミナの表面を加熱して傾斜機能材料を製造する。まず、加熱炉1の載置台15の上に被処理体Aを載置する。なお、実施例では、被処理体Aのアルミナ側の表面が加熱炉1壁面の入射窓11と出射窓12の両方に対して45°傾いた姿勢となるように設置している。被処理体Aは、チタン粉末を金型などで成形した圧粉成形基材の上に複合化材であるアルミナ超微粒子（1μm以下）を基材と同様に圧粉成形した二層の積層体を用いている。積層法としては金型プレ

ス法以外にも溶射法や、乾式スプレー法なども適用できる。アルミナ超微粒子の圧粉体は赤外線レーザ光を反射し易いため、赤外線レーザ光の入力に対して温度上昇し難い。このため、アルミナ表面にカーボンを極少量コーティングし、赤外線レーザ光の吸収能を向上させておく。また、製造を開始する前に予め被処理体Aの複合化材であるアルミナ超微粒子圧粉層と同じ材質（組成、表面状態）の試験体を用意し、当該試験体について熱電対で表面温度を測定しながら同時に赤外線放射率を測定し、複合化材の温度と赤外線放射率の関係を調べておく。

【0030】そして、チタンは非常に酸化し易いため、ロータリーポンプ18とディフュージョンポンプ20を稼働して加熱炉1内雰囲気を高真空にするか、もしくは、その真空引き後にガス供給装置19から不活性ガスを加熱炉1内に供給して不活性雰囲気とする。このように高真空もしくは不活性雰囲気とした後、加熱炉1内をヒータ13により1000℃に予加熱し、被処理体A全体を1000℃に昇温させる。そして、赤外線レーザ光発振器2の発振器本体30から発した赤外線レーザ光（YAGレーザ）を、入射窓11を介して加熱炉1内に入射して被処理体Aのアルミナ表面に照射することにより、赤外線レーザ照射部をアルミナの焼結温度の1600℃に昇温させ、一方でチタンが1000℃になるように被処理体A内部において温度傾斜を形成させる。

【0031】また、赤外線レーザ光発振器2のスキャニング機構31を作動して被処理体Aの複合化材表面の一定面積を塗りつぶすように赤外線レーザ光を走査させることにより、むらのない加熱を可能にさせる。その際、加熱を均一にさせるために、赤外線レーザ光のスポットサイズにもよるが、走査ピッチをなるべく小さくして被処理面全体に赤外線レーザ光が照射されるようにする。表1に、実施例の赤外線レーザ光発振器2についての好ましい走査条件の一例を示す。

【0032】

【表1】

パターン	ラスタースキャニング
スキャニング面	円、四角形等
走査ピッチ	0.1～0.5mm
線速度	10～5000mm/sec

【0033】なお、スキャニング機構31の構成や入射窓11の大きさなどにより赤外線レーザ光の走査範囲には限界がある。そこで、より広い範囲に赤外線レーザ光を照射させたい場合は、載置台15を支持している昇降機構16および回転機構17を稼働させ、被処理体Aを加熱炉1内で昇降および回転させて、所望の範囲に赤外線レーザ光を照射する。

【0034】このようにアルミナの焼結を行う一方で、

アルミナの表面から放射され、出射窓 12 を透過して加熱炉 1 内部から出射された赤外線放射率をミラー走査型パターン温度計 3 で走査し、温度分布を検出する。そして、予め調べておいた複合化材の温度と赤外線放射率の関係に基づいて複合化材表面の温度分布を求める。そして、その温度分布中の最も高い温度（赤外線レーザ光照射部の温度）を制御盤 4 に入力する。制御盤 4 では、その入力された赤外線レーザ光照射部の温度と目標温度（1600℃）との比較が行われる。そして、赤外線レーザ光照射部の温度が1600℃未満の場合は、赤外線レーザ光発振器 2 のコントローラ 33 に赤外線レーザ光の強度を増す命令を出す。逆に赤外線レーザ照射部の温度が1600℃を超えている場合は、コントローラ 33 に赤外線レーザ光の強度を減らす命令を出す。

【0035】このように、ミラー走査型パターン温度計 3 で求めた赤外線レーザ照射部の温度に基づいて赤外線レーザ光発振器 2 の発振器本体 30 の出力がフィードバック制御されることにより、加熱炉 1 内に載置された被処理体 A の内部と表面にかけて適切な温度勾配が形成される。この温度勾配の形成により、活性金属であるチタンは、アルミナとの接合界面でアルミナをアルミニウムへ還元し、還元されたアルミニウムはチタン中に拡散し、強固な接合が達成される。また、被処理体 A を形成する基材（チタン）と複合化材（アルミナ）が何れも粉末の圧粉体であることから、焼結の際の収縮がほぼ同程度のものとなり、収縮率のミスマッチによる界面からの剥離を起こさない。また、アルミナ表面は1600℃に維持されるが、材料内部にかけては、表面の高熱部からの熱伝導により材料内部に温度傾斜が付加される。このため、被処理体 A 内部のチタン部分は、アルミナ部分と比べて600℃低温の1000℃で加熱されることから金属とセラミックスの熱膨張の差は緩和され、チタンとアルミナの強固な接合に寄与する。かくして得られたチタン-アルミナ傾斜機能材料は、表面が緻密なアルミナで内部にチタン中にアルミニウムが拡散した組成となり、耐酸、耐アルカリに優れた材料となる。

【0036】なお、以上の実施例では加熱炉 1 の壁面に入射窓 11 と出射窓 12 を別々に設けた例を説明したが、赤外線レーザ光の入射用の窓と赤外線レーザ光発振器 2 の間に片面のみ赤外線を反射するハーフミラーを設置し、そのハーフミラーに写った赤外線レーザ光照射部をミラー走査型パターン温度計 3 で計測するように構成すれば、窓の設置を一箇所にすることができる。例えば、大型の被処理体に温度傾斜を付加して焼結するために加熱炉 1 内の加熱の均一性が求められる場合などは窓は一カ所にした方が好ましい。

【0037】以下に、この装置を用いて製造した試験例を示す。

【0038】（試験例 1）チタン-アルミナ混合超微粒子（60：40重量%）を金型プレスにより成形し、

×5×50mmの角柱状の圧粉体（被処理体）を作製した。得られた被処理体を、加熱炉内の載置台上に、その加熱面が赤外線レーザ光発振器に対して45°の角度で照射されるように設置した。なお、試験例 1 では角柱状の被処理体を載置台上に立てる必要があるため、モリブデン製の治具を用いた。なお、赤外線レーザ光発振器の位置決めをHe-Neレーザを用いて行った。

【0039】加熱炉内の雰囲気ガスをディフュージョンポンプを用いて10⁻³Paにした後、ヒータに通電して雰囲気温度を1000℃に1時間で昇温させた。加熱炉内雰囲気温度が1000℃になった後、その温度を保持しながら赤外線レーザ光を加熱炉内の被処理体表面に5×5mm、ピッチ0.5mm、スキャニング速度1000mm/minの条件にて20分照射した。従って、赤外線レーザ光発振器のフレームタイムは3秒（5×5÷0.5÷1000×60）である。また、昇降機構にて、2mm/minの速度で被処理体を下方にドライブし、被処理体の長さ方向の40mmの範囲においてレーザが照射されるようにした。なお、被処理体表面の赤外線レーザ光照射部の温度は加熱炉前面に設置したミラー走査型パターン温度計により測温し、赤外線レーザ光発振器をフィードバック制御することによりリアルタイムの制御を行った。なお、ミラー走査型パターン温度計のフレームタイムは、先に説明したように0.08sとした。これは赤外線レーザ光発振器のフレームタイム（3秒）に比べて十分に小さい。

【0040】図3に、試験例 1 で製造された材料の断面を超音波顕微鏡を用いて観察した結果を示す。超音波顕微鏡は、その特性から同じ組成の材料に対しても硬度や密度、粒界等の物性の不連続性があればコントラストとして観察できることから、このような同一の組成内で物性の異なる材料の観察に適する。赤外線レーザ光の照射面から材料内部へかけ除々に明度が変わっており、赤外線レーザ光の照射面とその反対側では明らかに物性が変化していることが分かる。特に赤外線レーザ光の照射面では、材料が熔融した形跡は観察されず制御どおりの均一な加熱が達成されていることが分かる。また、材料全体の断面形状は、赤外線レーザ光の照射面とその反対側では断面の長さが異なり、赤外線レーザ光の照射面はその反対側よりも焼結が進行し約5%収縮している。これは、赤外線レーザ光の照射面と材料内部では、密度が異なっていることを示す。更に、赤外線レーザ光の照射面から材料内部へかけビッカース硬度を0.5mmおきに測定した結果を図4に示す。図4は赤外線レーザ光の照射面近傍からの深さ方向に対する硬度分布を示しており、ビッカース硬度は材料の内部にかけ連続的に低下しているのが分かる。

【0041】図5、6に、試験例 1 で製造された材料のTi元素とAl元素のマッピングの写真をそれぞれ示した。また、図7、8に材料のTi元素とAl元素のEP

MA分析結果をそれぞれ示した。図5、6中、右端の材料表面が赤外線レーザー光の照射面であり、左方に行くほど材料内部となる。粉末焼結体のため、微細な気孔に依存するマッピングデータのばらつきはあるが、赤外線レーザー光の照射面と材料内部の組成はほぼ一致しておりおおよそな変動は見られない。金属とセラミックスの複合化材料の場合、焼結温度を必要以上に上げると金属の溶解が起こる。このような場合には、セラミックスのネットワークを支える金属分散粒子が融けて流れ出すことから、セラミックスネットワークは収縮し、材料表面に金属が分離するため制御不可能な組成変動が起こる。しかし、本発明は焼結温度を制御していることから、そのような金属の溶解を防止することが可能であり、図5、6に示した通り材料内部と赤外線レーザー光の照射面の組成に変動は観察されず、設計通りの材料組成を得ることができる。試験例1の結果から、金属とセラミックスの混合粒子を成形した被処理体を焼結し、傾斜機能材料を製造する際に材料表面を溶解させることなく、温度傾斜付加焼結することができ、材料内部へかけ除々に物性を変化させることができることが分かる。

【0042】(試験例2) アルミナの圧粉体について、炉内雰囲気温度を1200℃、赤外線レーザー光の照射部温度を1600℃に設定し、2分間アルミナ圧粉体表面の一部に赤外線レーザー光を照射し、温度傾斜を付加して焼結した。得られた材料の赤外線レーザー光の照射部とその周辺を表す写真を図9に示す。図9において、中央に島状に黒く観察される部分が赤外線レーザー光の照射部である。図10は、図9の赤外線レーザー光の照射部における表面のSEM写真である。図11は、図9の赤外線レーザー光の非照射部における表面のSEM写真である。赤外線レーザー光を照射した部分は照射時間が2分間と短いにもかかわらず焼結が進行し、気孔が少なくなっており、アルミナ粒子の成長が見られる。

【0043】図12は、図10に示した赤外線レーザー光の照射部の断面SEM写真を示す。図13は、同じ断面を図12のSEM写真に対応させて描いた補足説明図である。図12において、中央よりもやや右側(図13において線Lで示される位置)に材料の表面があり、この表面よりも左側の領域(図13における斜線領域M)が材料内部の断面である。表面よりも右側の白っぽい領域(図13における領域N)は材料表面が斜めに写った部分である。2分間というレーザー照射条件では、赤外線レーザー光の照射による粒成長、低気孔率化は表面近傍のみで観察され、材料内部へは照射による焼結促進の効果が及んでいない。また、クラックなどの損傷は観察されず健全な組織であることが分かる。試験例2から、赤外線レーザー光の照射時間を短時間に設定することにより、表面の極一部で、かつ、極表面のみを低気孔率化することが可能であることが分かる。また、試験例2では、材料内部の温度を予備加熱にて1200℃に昇温しているこ

とから、熱応力による材料破壊を防止できていることが分かる。

【0044】(試験例3) 円柱状のチタン圧粉体基材(3mmφ×30mm)の側表面上に、最初は、チタンリッチに、最後はアルミナ100%へ組成を除々に変えた圧粉積層(300μm)からなる複合化材を積層し、被処理体を構成した。加熱炉内温度1000℃、赤外線レーザー光の照射部温度を1600℃に設定し、複合化材に赤外線レーザー光を20分間照射した。なお、被処理体の形状が円柱状であることから、回転機構を稼働して4.5rpmの回転数で被処理体を回転させ、被処理体の表面全周に赤外線レーザー光が照射されるようにした。

【0045】図14、15に、試験例3で製造された材料のTi元素とAl元素のマッピングの写真をそれぞれ示した。また、図16、17に材料の断面のTi元素とAl元素のEPMA分析結果をそれぞれ示した。図14、15中、材料の右端表面が赤外線レーザー光の照射面であり、左方に行くほど材料内部となる。Ti元素およびAl元素はそれぞれ逆の勾配を示しており、材料の表面から約300μmの厚みでアルミナからチタンへ組成が除々に傾斜したFGM層が形成されたことが分かる。

【0046】

【発明の効果】本発明によれば、複合化材表面を所定の目標温度に加熱することが可能となり、加熱不均一に起因する残留応力の発生、ピンホールの発生などといった問題が解消でき、信頼性の高い傾斜機能材料を製造できる。レーザー光強度のリアルタイムによるフィードバック制御をしない場合は、赤外線レーザー光の照射部からの熱伝導により、走査範囲の中心部や端部がスキニングの関係で設定温度よりも高温に過熱されるため均一な加熱はできない。本発明による傾斜機能材料の製造には、金属のみならずセラミックス等、種々の材料が利用でき、材料設計において意図する機能発現に応じて基材と複合化材の種類や組成を決定し、緩やかな機能勾配を有する傾斜機能材料を自由に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例にかかる傾斜機能材料の製造装置の正面視での断面図である。

【図2】同装置の平面視での断面図である。

【図3】試験例1で製造された材料の断面を超音波顕微鏡を用いて観察した結果を示す写真である。

【図4】試験例1の材料内部のビッカース硬度を示すグラフである。

【図5】試験例1で製造された材料のTi元素のマッピングの写真である。

【図6】試験例1で製造された材料のAl元素のマッピングの写真である。

【図7】試験例1で製造された材料のTi元素のEPMA分析結果を示すグラフである。

【図8】試験例1で製造された材料のAl元素のEPMA

A分析結果を示すグラフである。

【図 9】試験例 2 で得られた材料の赤外線レーザ光の照射部とその周辺を表す写真である。

【図 10】図 9 の赤外線レーザ光の照射部における表面の SEM 写真である。

【図 11】図 9 の赤外線レーザ光の非照射部における表面の SEM 写真である。

【図 12】図 10 に示した赤外線レーザ光の照射部の断面 SEM 写真である。

【図 13】図 12 と同じ断面の補足説明図である。

【図 14】試験例 3 で製造された材料の Ti 元素マッピングの写真である。

10

*

* 【図 15】試験例 3 で製造された材料の Al 元素のマッピングの写真である。

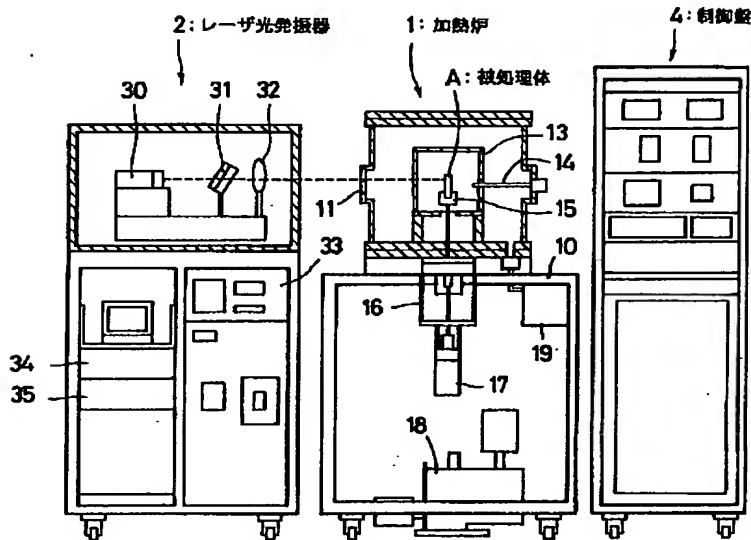
【図 16】試験例 3 で製造された材料の断面の Ti 元素の EPMA 分析結果を示すグラフである。

【図 17】試験例 3 で製造された材料の断面の Al 元素の EPMA 分析結果を示すグラフである。

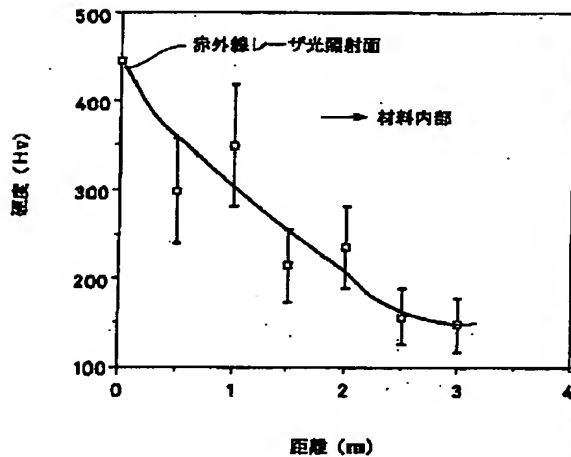
【符号の説明】

- | | |
|---|---------------|
| A | 被処理体 |
| 1 | 加熱炉 |
| 2 | 赤外線レーザ光発振器 |
| 3 | ミラー走査型パターン温度計 |
| 4 | 制御盤 |

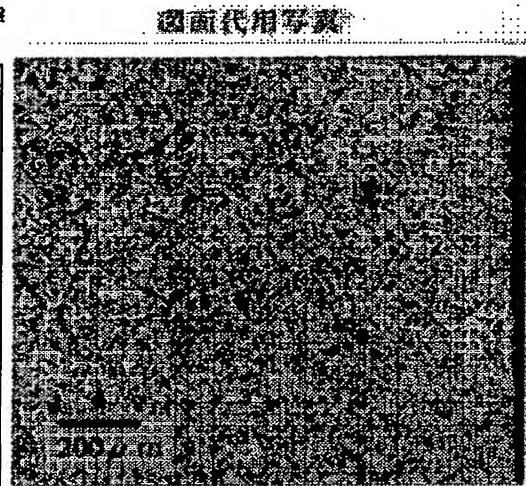
【図 1】



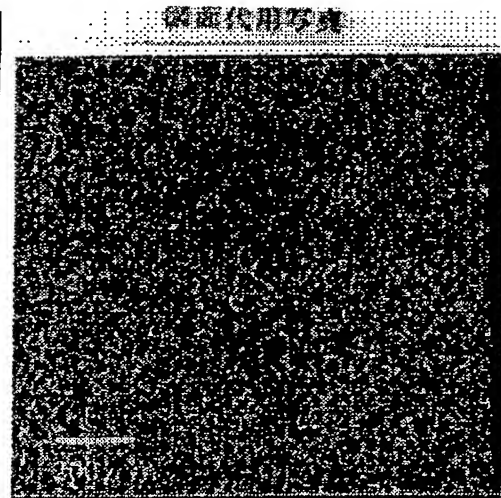
【図 4】



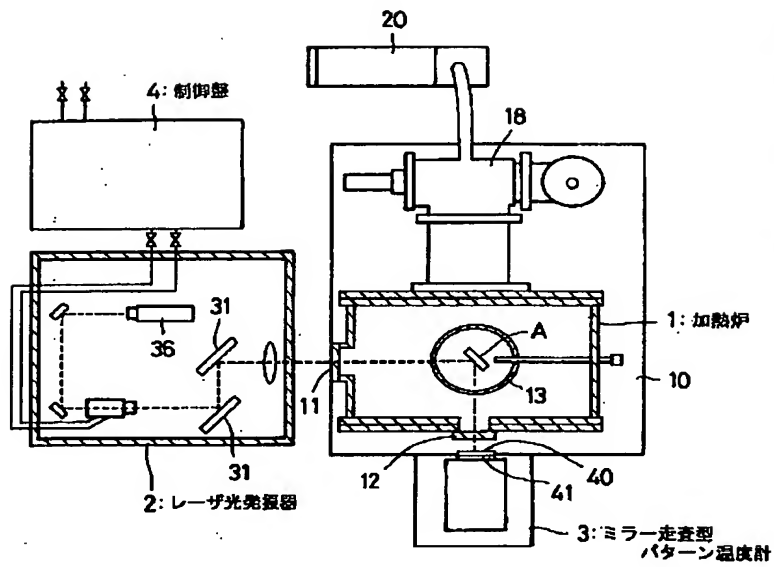
【図 5】



【図 6】

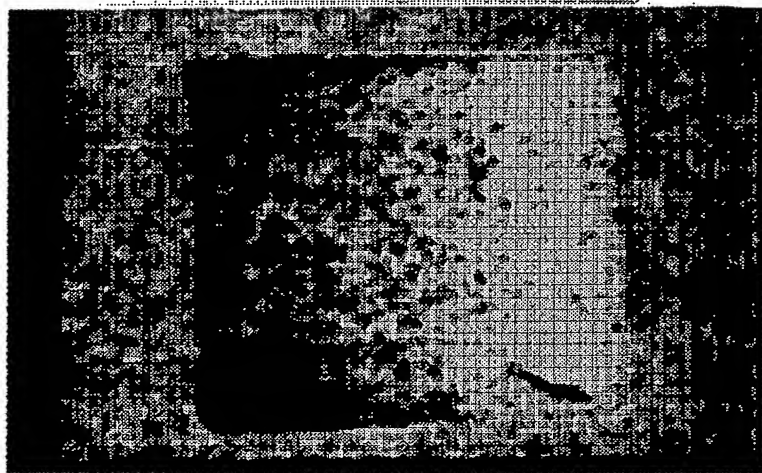


【図 2】

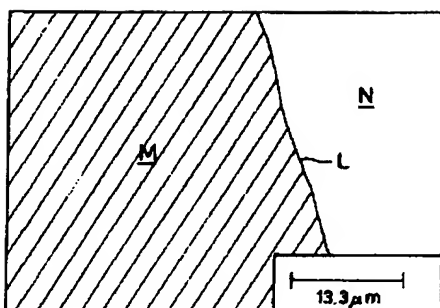


【図 3】

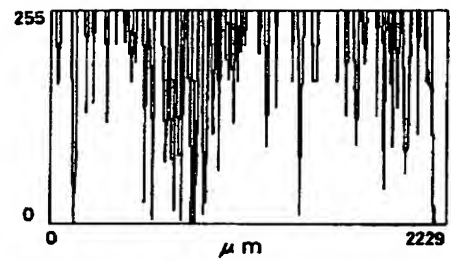
図面代用写真



【図 13】

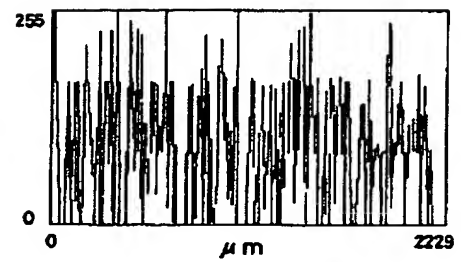


【図 7】



TL 元素

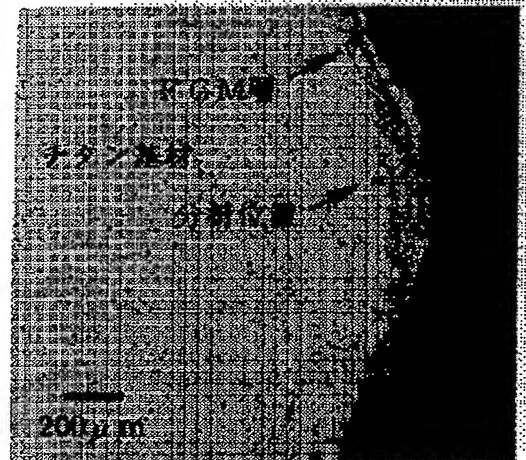
【図 8】



Al 元素

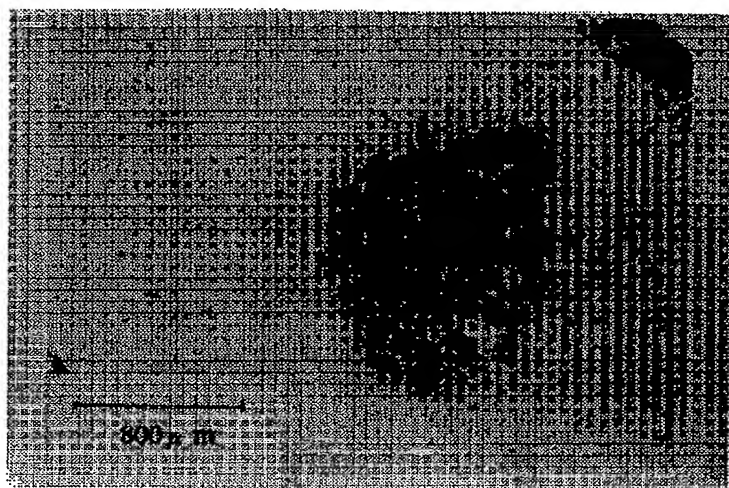
【図 14】

図面代用写真



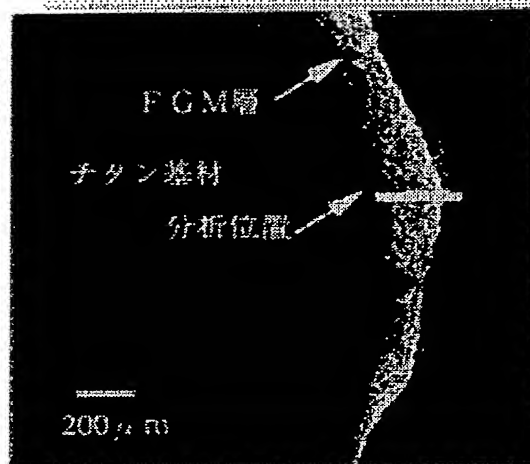
【図9】

図面代用写真



【図15】

図面代用写真

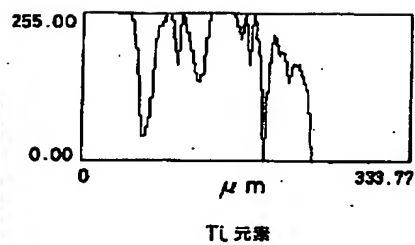


【図10】

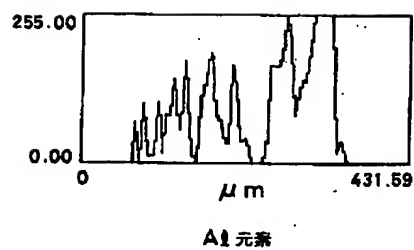
図面代用写真



【図16】

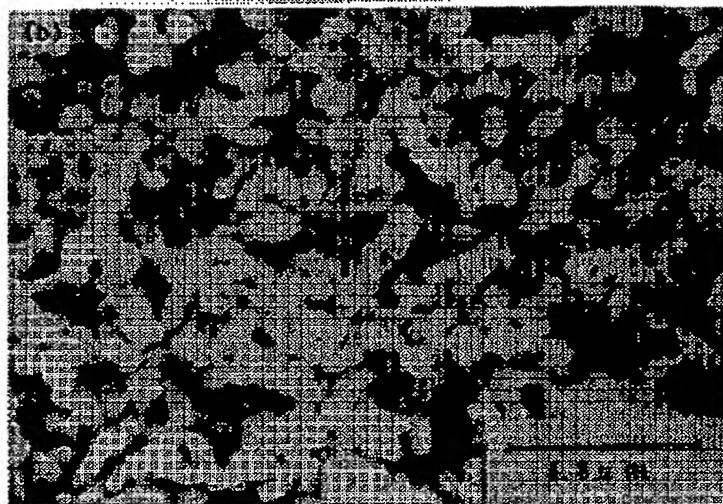


【図17】



【図11】

図面代用写真



【図12】

図面代用写真

